

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9285

Première édition
1997-01-15

**Abrasifs en grains et en roche — Analyse
chimique de l'oxyde d'aluminium
électrofondu**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Abrasive grains and crude — Chemical analysis of fused aluminium oxide

[ISO 9285:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae5892b9-0f6f-48a2-aece-9bcf20e78022/iso-9285-1997>



Numéro de référence
ISO 9285:1997(F)

	Page
Sommaire	
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Réactifs	2
4 Appareillage	3
5 Mode opératoire	4
6 Gain ou perte au feu	4
7 Dosage du dioxyde de silicium	5
8 Séparation du fer, du titane, du magnésium et du calcium, de l'aluminium	8
9 Dosage de l'oxyde de fer(III)	8
10 Dosage colorimétrique du dioxyde de titane	10
11 Dosage gravimétrique de l'oxyde de calcium	11
12 Dosage gravimétrique de l'oxyde de magnésium	12
13 Dosage gravimétrique de l'oxyde de zirconium	13
14 Oxyde d'aluminium	14
15 Analyse par spectrométrie d'absorption atomique	15
16 Rapport d'essai	18
Annexe	
A Autres méthodes d'analyse	19

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW
(Standard to be published)

La Norme internationale ISO 9285 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 29, *Petit outillage*, sous-comité SC 5, *Meules et abrasifs*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae5892b9-0f6f-48a2-aece-9bcf20e78022/iso-9285-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9285:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae5892b9-0ff6-48a2-aece-9bcf20e78022/iso-9285-1997>

Abrasifs en grains et en roche — Analyse chimique de l'oxyde d'aluminium électrofondu

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale traite de l'analyse chimique des abrasifs en grains ou en roche à base d'oxyde d'aluminium électrofondu. Elle est applicable aux produits vendus dans le commerce mais pas nécessairement aux produits altérés par l'usage.

Elle comprend les déterminations suivantes:

- Perte au feu
- Dioxyde de silicium
- Oxyde de fer
- Dioxyde de titane
- Oxyde de calcium
- Oxyde de magnésium
- Oxyde de zirconium
- Oxyde d'aluminium
- Analyse par spectrométrie d'absorption atomique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9285:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae5892b9-0f6f-48a2-aece-9bcf20e78022/iso-9285-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae5892b9-0f6f-48a2-aece-9bcf20e78022/iso-9285-1997>

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6353-1:1982, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai.*

ISO 6353-2:1983, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série.*

ISO 6353-2/Add.2:1986, *Additif 2 à l'ISO 6353-2:1983.*

ISO 6353-3:1987, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série.*

ISO 9138:1993, *Grains abrasifs — Échantillonnage et division.*

3 Réactifs

3.1 Généralités

Sauf spécification contraire, il est prévu que tous les réactifs correspondent aux spécifications indiquées dans l'ISO 6353-1, l'ISO 6353-2 et l'ISO 6353-3. D'autres qualités peuvent être utilisées s'il peut être démontré au préalable que le réactif est de pureté suffisante pour être utilisé sans amoindrir la précision de dosage. Sauf indication contraire, toute référence à l'eau sous-entend eau «distillée».

Les paragraphes 3.2 à 3.21 reprennent les réactifs communs à deux ou plusieurs modes opératoires. Les autres réactifs sont indiqués dans les articles relatifs à la méthode particulière qui les emploie.

3.2 Acides et hydroxyde d'ammonium concentrés.

Les acides et hydroxyde d'ammonium concentrés requis doivent avoir approximativement les masses volumiques ρ , en grammes par millilitre, ou concentrations, en pourcentage en masse, indiquées ci-après:

Acide chlorhydrique (HCl):	$\rho = 1,18 \text{ g/ml}$
Acide nitrique (HNO ₃):	$\rho = 1,42 \text{ g/ml}$
Acide sulfurique (H ₂ SO ₄):	$\rho = 1,84 \text{ g/ml}$
Acide fluorhydrique (HF):	40 % (m/m)
Acide phosphorique (H ₃ PO ₄):	85 % (m/m)
Hydroxyde d'ammonium (NH ₄ OH):	$\rho = 0,90 \text{ g/ml}$

3.3 Acides et hydroxyde d'ammonium dilués.

Les acides et hydroxyde d'ammonium considérés ont des concentrations variables en volume. Ils sont obtenus par mélange, en proportions données, de volumes de réactif concentré et d'eau. Les mélanges dilués à base d'acide sulfurique doivent être obtenus par addition d'acide dans l'eau, lentement et sans cesser de remuer. Ces dilutions sont désignées dans les modes opératoires sous la forme: (1 + 5), (1 + 8), etc., sauf pour les solutions très diluées qui sont caractérisées par le pourcentage de réactif ajouté. Les chiffres entre parenthèses indiquent le volume de réactif ajouté au volume d'eau. Ainsi, H₂SO₄ (1 + 9) contient 10 % (V/V) de H₂SO₄ ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$).

3.4 Acétate d'ammonium, solution à 300 g/l.

Mettre en solution 300 g de NH₄C₂H₃O₂ dans de l'eau. Amener à 1 l avec de l'eau.

3.5 Chlorure d'ammonium (NH₄Cl).

3.6 Oxalate d'ammonium [(NH₄)₂C₂O₄], solution saturée.

3.7 Monohydrogénophosphate d'ammonium, solution à 100 g/l.

Mettre en solution 10 g de (NH₄)₂HPO₄ dans 100 ml d'eau.

3.8 Diphénylamine-sulfonate de baryum, solution à 2 g/l.

Mettre en solution 0,5 g de sel dans 250 ml de H₂SO₄.

3.9 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 g/l.

3.10 Sulfure d'hydrogène (H₂S).

3.11 Chlorhydrate d'hydroxylamine ou chlorure d'hydroxylammonium, solution à 100 g/l.

Mettre en solution 50 g de ClNH_2OH dans 500 ml d'eau. Filtrer si nécessaire.

3.12 Chlorure de mercure(II) (HgCl_2), solution saturée.**3.13 Indicateur au rouge de méthyle**, solution à 1 g/l.

Mettre en solution 0,1 g de rouge de méthyle dans 100 ml de méthanol.

3.14 Phénanthroline-1,10, solution à 1 g/l.

Mettre en solution 1 g de monohydrate de phénanthroline-1,10 dans 15 ml d'éthanol à 95 %. Amener à 1 l avec de l'eau.

3.15 Dichromate de potassium ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), solution à 0,01 mol/l.

Mettre en solution 2,942 4 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dans de l'eau. Amener la solution à 1 l. Déterminer le titre de la solution par rapport à un échantillon à teneur en fer certifiée.

3.16 Permanganate de potassium (KMnO_4), solution titrée, $c(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Mettre en solution 1,580 0 g de KMnO_4 dans 500 ml d'eau. Laisser reposer 1 jour ou 2 jours. Filtrer sur un tampon d'amiante et amener à 1 l avec de l'eau. Titrer la solution par l'oxalate de sodium.

3.17 Permanganate de potassium (KMnO_4), solution à 50 g/l.

Mettre en solution 5 g de KMnO_4 dans 100 ml d'eau.

3.18 Pyrosulfate de potassium ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)**3.19 Carbonate de sodium anhydre (Na_2CO_3)**.**3.20 Tétraborate de sodium ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)**.**3.21 Chlorure d'étain(II) (SnCl_2)**, solution à 50 g/l.

Mettre en solution 50 g de SnCl_2 dans 100 ml de HCl . Amener à 1 l avec de l'eau. Conserver cette solution dans un flacon. Additionner de l'étain métallique dans le flacon.

4 Appareillage

4.1 Petit broyeur à mâchoires ou à cylindres en acier trempé.**4.2 Mortier en acier à outils.**

Dans les cas nécessitant l'élimination du fer, effectuer le broyage dans un mortier en carbure de tungstène.

4.3 Tamis, d'ouverture de maille de 150 μm .**4.4 Tamis**, d'ouverture de maille de 2 mm.

4.5 Creuset en platine, taré, de 30 ml muni d'un couvercle.

5 Mode opératoire

5.1 Préparation des échantillons pour analyse

5.1.1 Abrasif en roche

L'échantillon, prélevé avec soin par une méthode d'échantillonnage agréée, est broyé dans un petit broyeur à mâchoires ou à cylindres en acier trempé jusqu'à pouvoir passer au travers d'un tamis d'ouverture de maille de 2 mm; il est ensuite homogénéisé et divisé par quartation jusqu'à obtenir environ 500 g. L'échantillon de 500 g est à son tour homogénéisé puis divisé par quartation jusqu'à peser 10 g à 20 g. Cet échantillon de 20 g est alors pulvérisé dans un mortier en acier à outils jusqu'à pouvoir passer, sauf spécification contraire, au travers d'un tamis d'ouverture de maille de 150 µm; il est ensuite homogénéisé soigneusement et placé dans un récipient qui le préservera de toute contamination.

Des précautions doivent être prises pour éviter la contamination de l'échantillon par les particules d'acier provenant du matériel d'échantillonnage et de broyage. Une séparation magnétique doit être effectuée pour éliminer cette contamination par le fer.

5.1.2 Abrasifs en grains

L'échantillon, recueilli avec soin par l'une des méthodes agréées, est homogénéisé puis divisé par quartation jusqu'à obtenir 10 g à 20 g. Il est ensuite broyé de manière à passer, sauf spécification contraire, au travers d'un tamis d'ouverture de maille de 150 µm, homogénéisé soigneusement et placé dans un récipient qui le préservera de toute contamination (voir ISO 9138).

(standards.iteh.ai)

5.2 Essai à blanc

ISO 9285:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae5892b9-0f6f-48a2-aece-96d26c180224/iso-9285-1997>

Des essais à blanc avec les réactifs doivent être faits pour chaque détermination. Ils permettent dans chaque cas d'effectuer les corrections nécessaires.

6 Gain ou perte au feu

6.1 Mode opératoire

Peser un échantillon de 1 g à 0,000 1 g près et le placer dans un creuset en platine, taré, de 30 ml préalablement calciné à 1 100 °C. Enregistrer la masse de l'échantillon et du creuset. Calciner le creuset contenant l'échantillon à 1 100 °C jusqu'à masse constante. Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur. Peser.

6.2 Expression des résultats

La perte au feu, exprimée en pourcentage, est donnée par la formule

$$\frac{(m_1 - m_2)}{m_0} \times 100$$

où

m_1 est la masse du creuset contenant l'échantillon avant calcination, en grammes;

m_2 est la masse du creuset contenant l'échantillon après calcination, en grammes;

m_0 est la masse de l'échantillon, en grammes.

NOTE — Si la masse de l'échantillon a augmenté, indiquer qu'il s'agit d'un gain et utiliser la formule

$$\frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100$$

7 Dosage du dioxyde de silicium

7.1 Méthode gravimétrique

7.1.1 Appareillage

7.1.1.1 **Creuset en platine**, muni d'un couvercle.

7.1.1.2 **Becher**, de 400 ml.

7.1.1.3 **Papier filtre**, de rapidité moyenne.

7.1.1.4 **Dessiccateur**.

7.1.2 Mode opératoire

Peser un échantillon de 1 g à 0,000 1 g près et le placer dans un creuset en platine. Ajouter dans le creuset 3 g de Na_2CO_3 et 3 g de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$. Homogénéiser soigneusement l'échantillon et le faire fondre complètement. Recouvrir le creuset à l'aide d'un couvercle de platine, faire fondre le mélange à 1 000 °C jusqu'à mise en solution complète de l'échantillon. Faire osciller le creuset pendant le refroidissement de manière à obtenir une couche mince de masse fondue sur les parois. Placer le creuset et le couvercle dans un becher de 400 ml.

Mettre en solution la masse fondue dans 100 ml de H_2SO_4 (1 + 4). Après dissolution complète, rincer soigneusement le creuset et le couvercle et ajouter la solution de rinçage dans le becher.

Faire évaporer la solution jusqu'à dégagement de SO_3 . Faire refroidir le becher. Ajouter 100 ml d'eau et porter à ébullition jusqu'à dissolution des sels. Filtrer sur un papier filtre sans cendre de rapidité moyenne. Laver la papier et le précipité avec H_2SO_4 chaud (2 + 98). Conserver le filtre pour les dosages du Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO et MgO . Transférer le papier dans un creuset en platine. Calciner à 1 000 °C jusqu'à masse constante. Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur et peser.

Humidifier la masse solide avec une ou deux gouttes d'eau, ajouter 10 ml de HF et 2 ou 3 gouttes de H_2SO_4 (1 + 1). Faire évaporer jusqu'à siccité. Calciner à 1 000 °C jusqu'à masse constante. Refroidir dans un dessiccateur et évaluer la perte de masse due au traitement à HF, H_2SO_4 .

7.1.3 Expression des résultats

La teneur en dioxyde de silicium, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où

m_1 est la perte de masse au traitement à HF, H_2SO_4 , en grammes;

m_0 est la masse de l'échantillon, en grammes.

7.2 Méthode colorimétrique

7.2.1 Réactifs

7.2.1.1 Solution d'acide molybdique.

Mettre en solution 100 g de molybdate d'ammonium [à 82 % (*m/m*) de MoO₃] dans environ 600 ml d'eau. Ajouter 70 ml de H₂SO₄ ($\rho = 1,84$ g/ml). Filtrer la solution. Diluer à 1 l avec de l'eau.

7.2.1.2 Solution réductrice.

Faire une solution avec 25 g d'hydrogénosulfite de sodium (NaHSO₃) dans 25 ml d'eau puis une autre solution avec 2 g de sulfite de sodium (Na₂SO₃) et 0,4 g d'acide amino-1 hydroxy-2 naphthalènesulfonique-4 dans 25 ml d'eau.

Mélanger les deux solutions et diluer à 250 ml avec de l'eau. Noter que cette solution présente une durée maximale de conservation de deux semaines.

7.2.1.3 Dioxyde de silicium, solution témoin correspondant à 0,1 mg SiO₂ par millilitre.

Faire fondre 0,100 g de SiO₂ anhydre et 1 g de Na₂CO₃ dans un creuset en platine. Faire refroidir la masse fondue. Mettre en solution dans l'eau et ajuster à 1 000 ml dans une fiole jaugée. Transvaser dans un flacon en polyéthylène.

7.2.1.4 Acide tartrique, solution à 100 g/l.

Mettre en solution 100 g d'acide tartrique dans de l'eau. Diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

7.2.1.5 Fondant, constitué de 3 parties de Na₂CO₃ ou 1 partie de B₂O₃ (le trioxyde de bore est le réactif préféré. Les sels de bore contiennent des quantités variables de SiO₂ donnant des valeurs à blanc élevées et peu reproductibles).

7.2.1.6 Acide fluorhydrique, solution à 2 % (V/V) (pour nettoyage PTFE).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac5892b9-0f6f-48a2-aece-9bcf20e78022/iso-9285-1997>

7.2.2 Appareillage

7.2.2.1 Creuset en platine.

7.2.2.2 Becher en PTFE, de 250 ml.

7.2.2.3 Agitateur magnétique.

7.2.2.4 Barreau magnétique enrobé de PTFE.

7.2.2.5 pH-mètre.

7.2.2.6 Fiole jaugée, de 100 ml.

7.2.2.7 Spectrophotomètre.

7.2.3 Mode opératoire

7.2.3.1 Prise d'essai

À l'aide du tableau 1, déterminer les prise d'essai et les dilutions appropriées:

Tableau 1

Teneur présumée en SiO ₂ %	Masse de la prise d'essai g	Dilution	Coefficient de dilution <i>d</i>
0,1 à 0,5	1	250 ml – 25 ml	10
0,5 à 2,0	0,5	250 ml – 10 ml	25
1,0 à 5,0	0,2	250 ml – 10 ml	25
3,0 à 10,0	0,1	250 ml – 10 ml	25
10 à 20	0,1	500 ml – 10 ml	50
15 à 40	0,1	250 ml – 25 ml 250 ml – 2,5 ml	10 100

7.2.3.2 Préparation de la solution de dosage

Dans un creuset en platine de 30 ml, peser 5 g de fondant puis la quantité convenable d'échantillon (voir 7.2.3.1) et recouvrir de 5 g supplémentaires de fondant. Faire fondre au-dessus de la flamme en utilisant des triangles en platine ou en nichrome. Faire refroidir la masse fondue à température ambiante. Rincer à l'eau l'extérieur du creuset. Placer le creuset dans un becher en PTFE de 250 ml et ajouter l'eau nécessaire pour recouvrir le creuset. Porter à ébullition jusqu'à mise en solution de la masse fondue. Faire refroidir à température ambiante et diluer à environ 175 ml à 200 ml. Placer un barreau magnétique enrobé de PTFE dans le becher et mettre le tout sur un agitateur magnétique.

À l'aide d'un pH-mètre, ajuster très soigneusement le pH de la solution à 1,8 avec H₂SO₄ (1 + 1). **(Ne pas laisser le pH descendre au-dessous de 1,8.)**

Si le pH descend au-dessous de 1,8, un début de polymérisation de l'acide silicique a lieu et l'acide silicique polymérisé ne réagira pas pour donner un acide silicomolybdique réductible et donnant la couleur appropriée.

Transvaser la solution dans une fiole jaugée (voir 7.2.3.1), ajuster au volume et homogénéiser.

Prélever à la pipette une partie aliquote appropriée (voir 7.2.3.1) et la verser dans une fiole jaugée de 100 ml dans laquelle on ajoute, dans l'ordre suivant:

- 1) 2 ml de solution d'acide molybdique (voir 7.2.1.1) fraîchement préparée. Homogénéiser et laisser reposer 7 min.;
- 2) 10 ml de solution d'acide tartrique (voir 7.2.1.4);
- 3) 2 ml de solution réductrice (voir 7.2.1.2). Homogénéiser et laisser reposer 30 min.

Relever l'absorbance à 700 nm, en utilisant une cuve d'épaisseur 1 cm (pour une précision optimale, l'absorbance doit se situer entre 0,2 et 0,6).

7.2.3.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

Préparer une série de solutions étalons couvrant la gamme probable des concentrations en dioxyde de silicium. Déterminer l'absorbance des solutions de la manière décrite pour la solution étalon en 7.2.3.2. Établir une courbe d'étalonnage, en portant les valeurs d'absorbance des solutions étalons en fonction des quantités, en grammes, de SiO₂ par 100 ml de solution.

7.2.4 Expression des résultats

La teneur en dioxyde de silicium, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 \times d}{m_0} \times 100$$

où